

08.07.2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

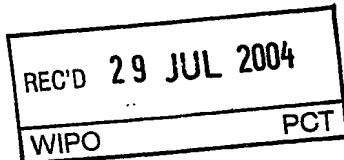
出願年月日 2003年 5月15日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-137688  
Application Number:

[ST. 10/C] : [JP2003-137688]

出願人 独立行政法人産業技術総合研究所  
Applicant(s):

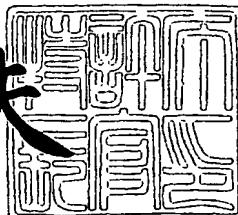
PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



2004年 4月 7日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3028706

【書類名】 特許願  
【整理番号】 337Q03015  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C30B 29/00  
H03H 9/00

## 【発明者】

【住所又は居所】 佐賀県鳥栖市宿町字野々下 807-1 独立行政法人産業技術総合研究所九州センター内

【氏名】 秋山 守人

## 【発明者】

【住所又は居所】 佐賀県鳥栖市宿町字野々下 807-1 独立行政法人産業技術総合研究所九州センター内

【氏名】 上野 直広

## 【発明者】

【住所又は居所】 佐賀県鳥栖市宿町字野々下 807-1 独立行政法人産業技術総合研究所九州センター内

【氏名】 立山 博

## 【発明者】

【住所又は居所】 佐賀県鳥栖市宿町字野々下 807-1 独立行政法人産業技術総合研究所九州センター内

【氏名】 蒲原 敏浩

## 【特許出願人】

【識別番号】 301021533  
【氏名又は名称】 独立行政法人 産業技術総合研究所  
【代表者】 吉川 弘之  
【電話番号】 029-861-3280

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ウルツ鉱型薄膜およびその作製方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ウルツ鉱型薄膜であって、分極率Xが $51 \leq X \leq 100\%$ の割合で分極方向がそろっていることを特徴とするウルツ鉱型薄膜。

【請求項2】 ウルツ鉱型薄膜であって、(0002)面に配向していることを特徴とする請求項1に記載されたウルツ鉱型薄膜。

【請求項3】 上記ウルツ鉱型薄膜は、窒化アルミニウム、窒化ガリウム、窒化インジウム若しくは酸化亜鉛の中から選ばれるいずれか1種又はこれらの中から選ばれる2種以上の混晶であることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載されたウルツ鉱型薄膜。

【請求項4】 ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、分極率Xが $51 \leq X \leq 100\%$ の割合で分極方向がそろっているウルツ鉱型薄膜をスパッタリング法により作製することを特徴とするウルツ鉱型薄膜の作製方法。

【請求項5】 ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、単結晶、多結晶又は非晶質の基板上へ成膜することを特徴とする請求項4に記載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

【請求項6】 ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、基板温度が室温～800℃の範囲であることを特徴とする請求項4又は5に記載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

【請求項7】 ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、スパッタリング圧力が0.05～5.0Paの範囲であることを特徴とする請求項4乃至6のいずれかに記載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

【請求項8】 ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、スパッタリングガスは、アルゴン、窒素又は酸素の混合ガスであって、窒素又は酸素濃度は、5～90%の範囲であることを特徴とする請求項4乃至7のいずれかに記載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

【請求項9】 ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、高周波電力密度は、1～12W/cm<sup>2</sup>の範囲であることを特徴とする請求項4乃至8のいずれかに記

載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

**【請求項10】** ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、膜厚は、25nm以上の範囲であることを特徴とする請求項4乃至9のいずれかに記載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

**【請求項11】** ウルツ鉱型薄膜の作製方法であって、ウルツ鉱型薄膜は、窒化アルミニウム、窒化ガリウム、窒化インジウム若しくは酸化亜鉛の中から選ばれるいずれか1種又はこれらの中から選ばれる2種以上の混晶であることを特徴とする請求項4乃至10のいずれかに記載されたウルツ鉱型薄膜の作製方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

**【発明の属する技術分野】** 本発明は結晶配向性が良好で分極方向が揃ったウルツ鉱型薄膜およびその作製方法に関するものである。

##### 【0002】

**【従来の技術】** 窒化アルミニウム (AlN) などを含むウルツ鉱型構造の化合物半導体は、圧電性および焦電性を利用した電子デバイス、その広いバンドギャップを利用した光学デバイスまたは高耐圧・耐高温電子デバイス等多くのデバイスへの応用が期待されている。

##### 【0003】

特に、AlNは、19世紀半ばに、初めて合成されて以来、研究者の関心を集めてきた。AlNは、構造的には六方晶系のウルツ鉱型構造を持つ化合物材料であり、III-V属化合物の一種である。ウルツ鉱型構造の化合物は、共有結合を主体とする化合物であるが、AlNは、他のIII-V属化合物とは異なり若干イオン性を有しているのが特徴とされている。

##### 【0004】

ウルツ鉱型構造の化合物の基本的特長は、

- a. 高温度まで化学的安定性を有する、
- b. 溶融金属に対する耐食性が高い、
- c. 電気絶縁性が優れている、
- d. 热伝導度が大きいなどがある。

また対称中心の無い結晶形であるので圧電性および焦電性を有することで知られている。

#### 【0005】

電子材料分野における各種機能性セラミックスの応用に、絶縁性セラミックスによる基板材料がある。それら基板材料に要求される基本的性質としては、高絶縁性、熱伝導性、低誘電率、他の素子とのマッチング、化学的安定性、焼結性などがあげられる。

#### 【0006】

ウルツ鉱型構造の化合物の薄膜や単結晶の合成方法として、物理気相成長法（PVD）の一種である反応性スパッタリング法、分子線エピタキシー法、レザーブレーション法、イオンプレーティング法や塩化アルミニウムとアンモニアガスを用いた化学気相成長法（CVD）、トリメチルアルミニウムとアンモニアガスを用いた有機金属CVD法などが研究されている。

#### 【0007】

これらの試みは、ほとんどがウルツ鉱型構造の化合物の電子・光学的機能性薄膜の実用化を目的としている。特にAlNは、弹性表面波（SAW）の伝搬速度が圧電体の中で最も大きいことから、高周波領域のSAWフィルターに代表される、SAWデバイスやバルク弹性波（BAW）デバイスとしての応用が期待されている。

#### 【0008】

スパッタリング法によるAlNは、多結晶構造を示すことが多いが、圧電体として応用するには結晶軸の配向性が成膜過程において制御されなければならない。AlNの場合、（0002）面配向となるのが理想的であり多くの研究がなされてきた。

#### 【0009】

また、基板上に薄膜として形成する圧電性セラミックスは、1000℃以上の高キュリー点を有し、且つ数1000MHz以上の高振動数にも対応できることが必要であるが、それらの特性を有するものを圧電性セラミックスの材料から適宜選択することができ、具体的には、ペロブスカイ型酸化物、LiNbO<sub>3</sub>型酸

化物、ウルツァイト型化合物があり、ウルツァイト型化合物としては、AlN, ZnO等がある。特に、ウルツァイト型化合物であるZnO（酸化亜鉛）あるいはAlN（窒化アルミニウム）で、c軸方向に配向された薄膜は、基板が焼結体であっても作製可能という点で有利なものである（下記特許文献1参照）。

#### 【0010】

【特許文献】 特開平10-122948号公報

#### 【0011】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、効果的な圧電特性を得るためにには、結晶配向性のみならず、各結晶粒の自発分極の方向を一定の方向に揃える必要がある。なぜなら、反対の分極方向を持った結晶粒の存在により、全体での圧電効果が打ち消されてしまうためである。

#### 【0012】

また、ウルツ鉱型構造の化合物は、チタン酸ジルコン酸鉛（PZT）に代表される強誘電体とは異なり、成型後の分極処理ができないため、これまで分極に関する検討は行われなかった。ウルツ鉱型構造の化合物の場合、分極方向の制御はその作製と同時に行われなくてはならない。

#### 【0013】

したがって、本発明の目的は、結晶配向性がよく、且つ自発分極方向の揃ったウルツ鉱型構造の化合物薄膜およびその作製方法を提供することにある。

#### 【0014】

【課題を解決するための手段】 本発明は、金属材料をターゲットとし、窒素または酸素ガスを反応性ガスとして用いる反応性スパッタリング法により、ウルツ鉱型構造の化合物薄膜の作製方法において成膜条件、すなわち基板温度、スパッタリング圧力、窒素または酸素濃度、電力密度、膜厚を最適化し上記課題を解決した。

#### 【0015】

【実施の態様】 本発明の実施の形態を以下に説明する。例えば、AlN薄膜に圧電性を持たせるためには、（0002）面に配向させる必要がある。そこでスパッタリング法の条件を最適化することにより、いかなる結晶構造の基板上

にも (0002) 面に配向したAlNの作製条件を見出した。しかし、(0002) 面に配向したAlNでもなお充分な圧電性は得られず、その原因を図2に示すような分極方向の不揃いにあると考えた。そこでスパッタリング条件の更なる検討を行い、図1に示すように (0002) 面に配向して、なお且つ分極方向が揃ったAlNの作成条件を見出した。

#### 【0016】

スパッタリングの条件は、基板温度を室温～800℃の範囲であり、好ましくは、300℃～400℃である。

#### 【0017】

また、スパッタリング圧力は、0.05～5.0Paの範囲であり、好ましくは、0.5～1Paである。

#### 【0018】

また、スパッタリングガスは、アルゴンと窒素の混合ガスであって窒素濃度は、5～90%の範囲である。また、酸素を付加する場合も、酸素濃度は、0.2～10%の範囲である。

#### 【0019】

また、高周波電力は、1～20W/cm<sup>2</sup>の範囲であり、好ましくは、4～8W/cm<sup>2</sup>の範囲である。

#### 【0020】

また、膜厚は、25nm～100μmの範囲である。

#### 【0021】

ここで用いられる基板は、単結晶、多結晶および非晶質のいずれでも良い。

#### 【0022】

本発明は、ウルツ鉱型構造の化合物の圧電性を向上させるものであってAlNのみならず他のウルツ鉱型構造の化合物、例えば酸化亜鉛等を用いた場合でも効果的である。

#### 【0023】

【実施例】 基板温度を400℃、窒素濃度を50%、電力密度を7.83W/cm<sup>2</sup>、スパッタリング圧力を0.5Paの条件において、窒化アルミニウムを1ミク

ロンの厚さに積層した結果、分極率は80%程度であった。

【0024】

【発明の効果】 本発明によれば、結晶配向性がよく、且つ分極方向がそろったウルツ鉱型薄膜の作製が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明により作製されたウルツ鉱型薄膜の分極方向を示す図。

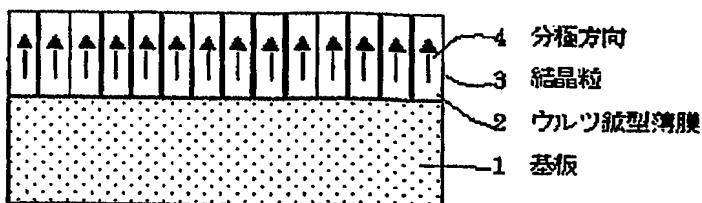
【図2】従来法により作製されたウルツ鉱型薄膜の分極方向を示す図。

【符号の説明】

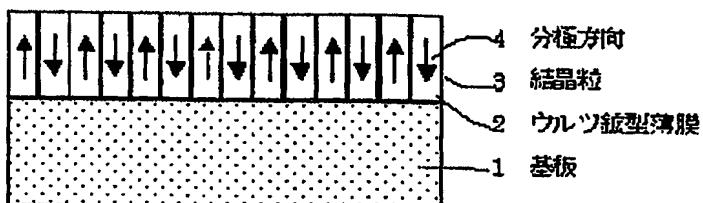
- 1 基板
- 2 ウルツ鉱型薄膜
- 3 結晶粒
- 4 分極方向

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ウルツ鉱型構造の化合物において、効果的な圧電特性を得るためには、結晶配向性のみならず、各結晶粒の自発分極の方向を一定の方向に揃える必要がある。なぜなら、反対の分極方向を持った結晶粒の存在により、全体での圧電効果が打ち消されてしまうためである。ウルツ鉱型構造の化合物の場合、分極方向の制御はその作製と同時に行われなくてはならない。

【解決手段】 本発明は、金属材料をターゲットとし、窒素または酸素ガスを反応性ガスとして用いる反応性スパッタリング法により、ウルツ鉱型構造の化合物薄膜の作製方法において成膜条件、すなわち基板温度、スパッタリング圧力、窒素または酸素濃度、電力密度、膜厚を最適化し上記課題を解決した。

【選択図】 図 1

## 認定・付加情報

特許出願の番号 特願2003-137688  
受付番号 50300811722  
書類名 特許願  
担当官 第五担当上席 0094  
作成日 平成15年 5月16日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】 平成15年 5月15日

次頁無

出証特2004-3028706

出願人履歴情報

識別番号 [301021533]

1. 変更年月日 2001年 4月 2日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都千代田区霞が関 1-3-1  
氏名 独立行政法人産業技術総合研究所